Fonte de Íons Turbo V™

Guia do Operador

RUO-IDV-05-0940-PT-A

Julho de 2014

Este documento é fornecido aos clientes que compraram um equipamento AB Sciex para uso na operação de tal equipamento. Este documento é protegido por direitos autorais e a reprodução integral ou parcial é estritamente proibida, exceto com autorização por escrito da AB SCIEX.

O software que pode ser descrito neste documento é fornecido sob um contrato de licença. É contra a lei copiar, modificar ou distribuir o software através de qualquer meio, exceto se permitido especificamente no contrato de licença. Além disso, o contrato de licença pode proibir o software de ser desmontado, passar por engenharia reversa ou ser decompilado para qualquer finalidade. As garantias são definidas conforme o presente documento.

Partes deste documento podem fazer referência a outros fabricantes e/ou seus produtos, que podem conter peças cujos nomes estão registrados como marcas registradas e/ou funcionam como marcas registradas dos seus respectivos proprietários. Qualquer uso é destinado apenas para designar estes produtos do fabricante como fornecidos pela AB Sciex para incorporação em seu equipamento e não implica em qualquer direito e/ou licença para usar ou permitir que outros usem tais nomes de produto seus e/ou do fabricante como marcas registradas.

As garantias da AB SCIEX estão limitadas a estas garantias expressas fornecidas no momento da venda ou licença de seus produtos e são representações, garantias e obrigações únicas e exclusivas da AB SCIEX. A AB Sciex não oferece nenhuma outra garantia de nenhum tipo, expressa ou implícita, incluindo, entre outras, garantias de comercialização ou adequação para um propósito particular, decorrentes de um estatuto ou da lei, ou de uma negociação ou utilização comercial expressamente divulgada, e não assume nenhuma responsabilidade ou obrigação contingente, incluindo danos indiretos ou consequentes, para qualquer uso pelo comprador ou por quaisquer circunstâncias adversas decorrentes.

Apenas para uso em pesquisa. Não destinado ao uso em procedimentos diagnósticos.

As marcas registradas mencionadas aqui são propriedade da AB Sciex Pte. Ltd. ou seus respectivos proprietários.

AB SCIEX™ está sendo usada sob licença.

© 2014 AB Sciex Pte. Ltd.

AB Sciex Pte. Ltd.
Blk 33, #04-06
Marsiling Ind Estate Road 3
Woodlands Central Indus. Estate.
SINGAPURA 739256

Conteudo

Capitulo 1 Visão geral da Fonte de Íons.....5
Documentação relacionada.....5
Suporte Técnico.....6
Componentes da Fonte de Íons.....6
Sondas.....7
Sonda TurboIonSpray 8
Sonda APCI.....9
Conexões de Gás e Elétricas.....10
Circuito de Sensor da Fonte de Íons.....10
Sistema de Exaustão da Fonte.....11

Capitulo 2 Instalação da Fonte de Íons.....13
Preparar para Instalação.....13
Instale a sonda.....14
Instale a fonte de íons no espectrômetro de massas.....14
Conecte o Tubo de Amostra.....15

Capitulo 3 Otimização da Fonte de Íons.....16
Introdução da amostra.....16
Método.....16
Vazão.....16
Exigências de introdução da amostra.....17
Otimização da Sonda TurboIonSpray 17
Vazão e Temperatura.....18
Configure o Sistema.....22
Execute o Método.....22
Defina as Condições de Iniciais.....19
Otimize a posição da sonda TurboIonSpray 19
Otimize a Fonte e os Parâmetros de Gás e a Voltagem.....20
Otimize a Temperatura do Aquecedor Turbo.....21
Dicas para Otimização.....21
Otimização da Sonda APCI.....22
Configure o Sistema.....22
Execute o Método.....22
Defina as Condições de Partida.....23
Otimize os parâmetros Gas 1 e Curtain Gas Flow 23
Ajuste a posição da agulha de descarga corona.....24
Otimize a Posição da Sonda APCI.....24
Otimize a Corrente do Nebulizador.....26
Otimize a Temperatura da Sonda APCI.....26

Conteudo

Capitulo 4 Manutenção da Fonte de Íons.....27
Limpeza as Sondas.....28
Remova a Fonte de Íons.....29
Remova a sonda.....29
Limpeza do eletrodo.....30
Monte os componentes da sonda.....31
Ajuste a extensão da ponta do eletrodo.....32
Substitua a agulha de descarga corona.....33
Substitua o tubo de amostra.....35

Capitulo 5 Dicas para solução de problemas.....36

Apendice A Princípios de Operação - Fonte de Íons.....39
Modo TurboIonSpray 39
Modo APCI.....40
Região de ionização APCI.....43

Apendice B Parâmetros da Fonte e Voltagem.....46
Parâmetros da Sonda TurboIonSpray 46
Parâmetros da Sonda APCI.....47
Descrições do Parâmetro.....47
Posição da sonda.....49
Composição do Solvente.....49

Apendice C Insumos e peças para substituição.....51

Histórico de Revisão.....53

Indice.....54

Visão geral da Fonte de Íons 1

A fonte de íons Turbo V™ permite o uso da sonda TurboIonSpray® ou APCI no mesmo compartimento da fonte de íons.

Utilize a fonte de íons para a ionização por electrospray (ESI), com a sonda TurboIonSpray ou ionização química à pressão atmosférica (APCI), com a sonda APCI. As aplicações para a fonte de íons incluem o desenvolvimento de método qualitativo e análise qualitativa e quantitativa.

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Use a fonte de íons somente se você tiver o conhecimento e o treinamento para o uso adequado, retenção e evacuação de materiais prejudiciais ou tóxicos usados com a fonte de íons. Interrompa o uso da fonte de íons se a janela estiver rachada ou quebrada e entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo AB SCIEX. Quaisquer materiais prejudiciais ou tóxicos introduzidos no equipamento estarão presentes na fonte de íons e no produto de exaustão. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.

AVISO! Risco de choque elétrico. Evite o contato com as altas voltagens aplicadas à fonte de íons durante a operação. Coloque o sistema em modo Standby antes de ajustar a tubulação de amostra ou outro equipamento próximo à fonte de íons.

Documentação relacionada

Os guias e tutoriais para o software Analyst® são instalados automaticamente com o software e estão disponíveis a partir do Menu inicial: **All Programs (Todos os Programas) > AB SCIEX > Analyst.** A documentação para a fonte de íons pode ser encontrada no DVD *de Referência do Cliente*. Uma lista completa da documentação disponível pode ser encontrada na Ajuda. Para visualizar a Ajuda do software, pressione **F1**.

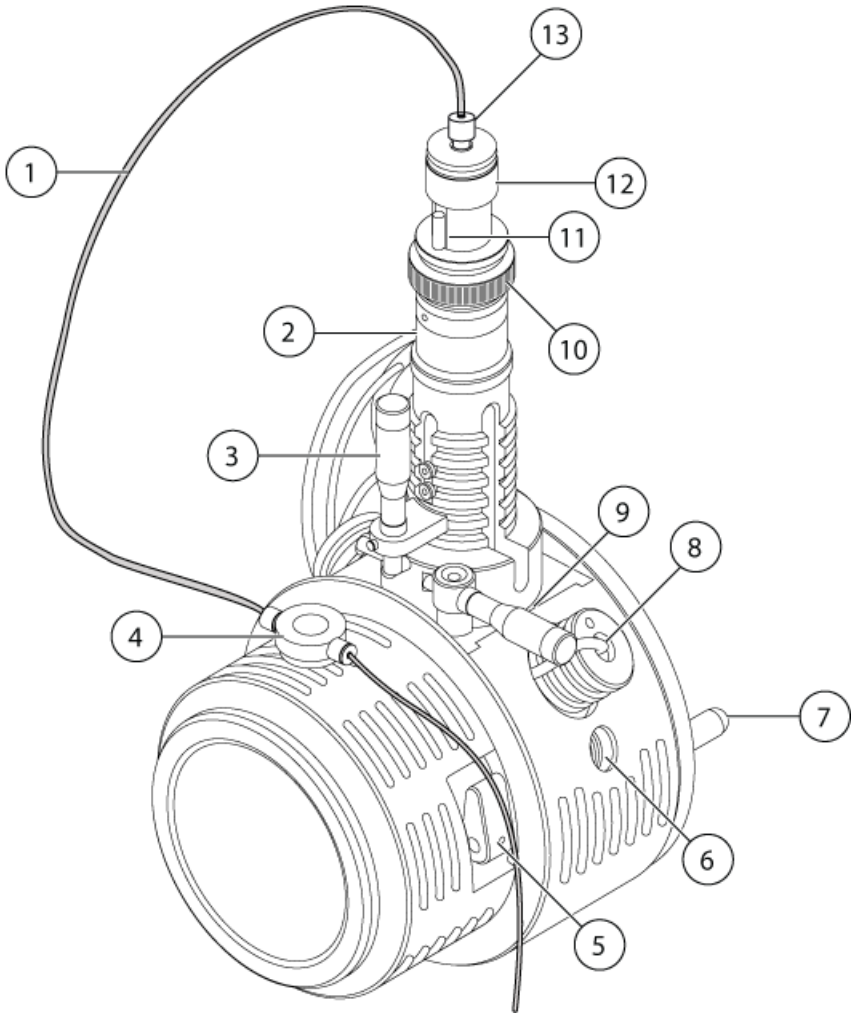
Os guias e tutoriais para o software Analyst® TF são instalados automaticamente com o software e estão disponíveis a partir do Menu inicial: **All Programs (Todos os Programas) > AB SCIEX > Analyst TF.** Uma lista completa da documentação disponível pode ser encontrada na Ajuda. Para visualizar a Ajuda do software, pressione **F1**.

Suporte Técnico

AB SCIEXe seus representantes mantêm uma equipe de atendimento totalmente treinada e especialistas técnicos localizados em todo o mundo. Eles podem responder perguntas sobre o sistema ou quaisquer problemas técnicos que possam surgir. Para mais informações, visite o site na web em www.absciex.com.

Componentes da Fonte de Íons

Figura 1-1 Componentes da Fonte de Íons



Item	Descrição
1	Tubo de amostra
2	Torre da sonda
3	Micrômetro do eixo Y usado para posicionar a sonda no eixo horizontal para os ajustes de sensibilidade da fonte de íons
4	União de aterramento
5	Uma das duas travas que prendem a fonte de íons ao espectrômetro de massas
6	Janela de vizualização
7	Pino guia
8	Aquecedor turbo
9	Micrômetro do eixo X usado para posicionar a sonda no eixo vertical para os ajustes de sensibilidade da fonte de íons
10	Anel retentor de bronze
11	Parafuso de ajuste da agulha de descarga corona
12	Tampa de ajuste do eletrodo
13	Conector do tubo de amostra

AVISO! Risco de Lesões Pessoais. Interrompa o uso da fonte de íons se a janela da fonte de íons estiver rachada ou quebrada e entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo AB SCIEX. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.

Sondas

A sonda TurboIonSpray® e a sonda APCI fornecem uma vasta capacidade para análise de diferentes amostras. Escolha a sonda e o método mais adequado para o composto a ser analisado.

Tabella 1-1 Especificações da Fonte de Íons

Especificação	Sonda TurboIonSpray®	Sonda APCI
Intervalo de temperatura da fonte de íons	Temperatura da sonda desde a temperatura ambiente até 750 ºC, dependendo da vazão da amostra.	Temperatura da sonda de 50 °C a 750 °C, dependendo da vazão da amostra.
Cromatografia líquida (LC)	Interfaces com qualquer sistema LC	
Gás 1 /Gás 2	Consulte o *Guia de Planejamento do Local* para o espectrômetro de massas.	

O software Analyst® ou Analyst® TF determina qual sonda é instalada e ativa os controles do usuário correspondentes. Todos os dados adquiridos usando a fonte de íons são identificados com uma abreviação representando a sonda utilizada para adquirir os dados (TIS para a sonda TurboIonSpray e HN para a sonda APCI).

Sonda TurboIonSpray®

A sonda TurboIonSpray é idealizada para análise por LC/MS/MS. Ela produz íons por meio da evaporação de íons. A sensibilidade alcançada com esta técnica depende da vazão e do analito. Por causa da melhor dessolvatação em vazões maiores, a eficiência da ionização aumenta com o aumento da temperatura da fonte de íons o que resulta em melhoria da sensibilidade. Compostos com polaridade extremamente alta e baixa atividade na superfície geralmente apresentam maior detectabilidade com o aumento da temperatura da fonte. A técnica de ionização da sondaTurboIonSpray® é suave suficientemente para ser usada com compostos instáveis, como peptídeos, proteínas e produtos farmacêuticos termicamente instáveis.

Quando o aquecedor estiver desligado, a sonda TurboIonSpray funciona como uma fonte de íons IonSpray™ convencional. Esta fonte também funciona com vazões a partir de 5 µL/min a 3000 µL/min e vaporiza solventes 100% aquosos a 100% orgânicos.

A sonda TurboIonSpray consiste de tubo de aço inoxidável com diâmetro externo (o.d.) de 0,0012 pol e está localizado centralmente com os dois aquecedores turbo localizados a um ângulo de 45 graus para cada lado. As amostras introduzidas por meio da sonda TurboIonSpray são ionizadas dentro do tubo, pela aplicação de alta tensão (IonSpray voltage). Então, são nebulizados por um jato de gás nitrogênio de pureza ultra-alta (UHP), seco, aquecido nos turbo aquecedores, criando assim uma névoa de pequenas gotículas altamente carregadas. A combinação do efluente do IonSpray e o gás seco aquecido do pulverizador turbo está projetada em um ângulo de 90 grausem relação ao caminho de entrada dos íons para a região dos analisadores. Consulte *Princípios de Operação - Fonte de Íons a pagina 39*.

Figura 1-2 Peças da Sonda TurboIonSpray

Item	Descrição
1	Ajuste da ponta do capilar no interior do eletrodo
2	Anel de bronze que prende a sonda ao seu compartimento na fonte de íons
3	Ponta do capilar onde a amostra é nebulizada durante o processo de ionização

Sonda APCI

A sonda APCI é adequada para:

- Ionização dos compostos que não estão ionizados em solução. Normalmente, eles são compostos não-polares.
- Obtenção de espectros APCI para os experimentos LC/MS/MS.
- Análises de alto rendimento de amostras complexas. É menos sensível aos efeitos de supressão de sinal.
- Introdução da amostra rápida por injeção em fluxo com ou sem uma coluna LC.

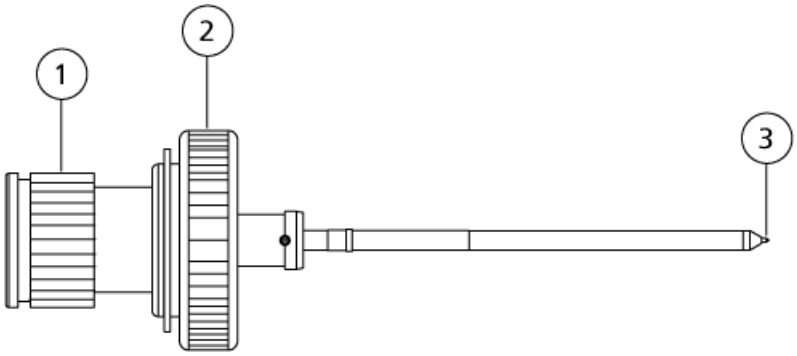
A sonda APCI comporta toda a vazão da fase móvel, sem divisão, com vazão de 50 µL/min a 3000 µL/min (através de uma coluna de grande calibre). Ela pode vaporizar compostos voláteis e instáveis com decomposição térmica mínima. A rápida dessolvatação e vaporização fdas gotículas contendo os analitos minimiza a decomposição térmica e preserva a identidade molecular para ionização por agulha de descarga corona. Os tampões são facilmente tolerados pela fonte de íons sem contaminação significativa e a rápida vaporização amostra permite que até 100% de água seja utilizada sem dificuldade.

A sonda APCI consiste de um tubo de aço inoxidável com diâmetro interno (i.d.) de 100 µm (0,004 pol) rodeado por um fluxo de gás nebulizador (Gás 1).A amostra em fase líquida é bombeada através do pulverizador, onde é nebulizado para um tubo de cerâmica que possui um aquecedor. A parede interna do tubo de cerâmica pode ser mantida a uma variação de temperatura de 100 °C a 750 °C e é monitorada por um sensor embutido no aquecedor.

Um jato de alta velocidade do gás nebulizador flui ao redor da ponta do eletrodo para dispersar a amostraem um aerosol de partículas finas. Ele se move através do aquecedor de vaporização de cerâmica na região de reação da fonte de íons e, em seguida, passa a agulha da descarga corona, onde as moléculas da amostra são ionizadas

conforme passam pelo compartimento da fonte de íons. Consulte *Princípios de Operação - Fonte de Íons a pagina 39*.

Figura 1-3 Peças da Sonda APCI



Item	Descrição
1	Ajuste da ponta do capilar no interior do eletrodo
2	Anel de bronze que prende a sonda ao seu compartimento na fonte de íons
3	Ponta do capilar onde a amostra é nebulizada durante o processo de ionização

Conexões de Gás e Elétricas

Conexões de gás e elétricas de alta voltagem são fornecidas através da placa frontal da interface e se conectam internamente através do compartimento da fonte de íons. Quando a fonte de íons está instalada no espectrômetro de massas, todas as conexões elétricas e de gás estão completas.

Circuito de Sensor da Fonte de Íons

Um circuito de sensor da fonte de íons desativa o fornecimento de energia de alta voltagem para o espectrômetro de massa e o sistema de exaustão se:

- O compartimento da fonte de íons não está instalado ou está instalado de modo inadequado
- Uma sonda não está instalada.
- O espectrômetro de massas detecta uma falha do gás.

Sistema de Exaustão da Fonte

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Use a fonte de íons somente se você tiver o conhecimento e o treinamento para o uso adequado, retenção e evacuação de materiais prejudiciais ou tóxicos usados com a fonte de íons. Interrompa o uso da fonte de íons se a janela estiver rachada ou quebrada e entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo AB SCIEX. Quaisquer materiais prejudiciais ou tóxicos introduzidos no equipamento estarão presentes na fonte de íons e no produto de exaustão. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se de usar o sistema de exaustão da fonte para remover com segurança o exaustor do vapor da amostra do ambiente de laboratório. Para requisitos para o sistema de exaustão da fonte, consulte o *Guia de Planejamento do Local*.

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Direcione o sistema de exaustão da fonte para uma capela ou sistema de exaustão externo para evitar que vapores perigosos sejam liberados no ambiente de laboratório.

AVISO! Risco de incêndio. Não direcione mais de 3 mL/min de solvente para a fonte de ions. Exceder a vazão máxima pode provocar acúmulo de solvente na fonte de íons. Certifique-se que o sistema de exaustão da fonte esteja funcionando, para prevenir que vapor inflamável se acumule na fonte de íons.

Todas as fontes de íons produzem vapores da amostra e do solvente. Esses vapores são um risco potencial ao ambiente laboratorial. O sistema de exaustão da fonte tem por objetivo remover de forma segura os vapores da amostra e do solvente, bem como permitir seu manuseio apropriado. Quando a fonte de íons estiver instalada, o espectrômetro de massas não operará a menos que o sistema do exaustor fonte esteja operando.

Uma válvula de vácuo montada no circuito do exaustor da fonte mede o vácuo da fonte. Se a pressão no interior da fonte de íons aumentar acima de um valor limite, enquanto , a sonda estiver instalada, o sistema entra em estado de falha de exaustão.

Um sistema de exaustão ativo remove os gases da fonte de íons (gases, vapor de solvente e da amostra) através de uma porta de dreno sem introduzir ruído químico. A porta do dreno se conecta através de uma câmara do dreno e uma bomba de exaustão da fonte para um frasco do dreno e, então, para um sistema de ventilação do

exaustor fornecido pelo cliente. Para mais informações sobre as exigências de ventilação para o sistema de exaustão da fonte, consulte o *Guia de Planejamento do Local*.

Instalação da Fonte de Íons 2

AVISO! Risco de choque elétrico. Instale a fonte de íons no espectrômetro de massas como última etapa neste procedimento. Alta voltagem é aplicada quando a fonte de íons é instalada no equipamento.

A fonte de íons está conectada à interface de vácuo, sendo fixada por duas travas existentes na fonte. O interior da fonte de íons é visível através de uma janela de vidro temperado na lateral e na extremidade da fonte de íons.

Quando a fonte de íons é instalada, o software a reconhece e mostra a identificação da mesma.

Materiais necessários
• Conjunto do compartimento da fonte de íons • Sonda TurboIonSpray® • Sonda APCI (opcional) • Kit de insumos da fonte de íons

Preparar para Instalação

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do tubo capilar do eletrodo é extremamente afiada.

Dica! Não descarte a embalagem vazia. Use-a para armazenar a fonte de íons quando a mesma não estiver em uso.

- Ajuste a tampa preta de ajuste do eletrodo na sonda para mover a ponta do capilar dentro do tubo.

Para desempenho e estabilidade ótimos, o ponta do eletrodo deve ficar entre 0,5 mm e 1,0 mm da extremidade da sonda. Consulte *Ajuste a extensão da ponta do eletrodo a pagina 32*.

Instale a sonda

AVISO! Risco de choque elétrico. Certifique-se que a fonte de íons esteja completamente desconectada do espectrômetro de massas antes do procedimento.

AVISO! Risco de choque elétrico. Instale a sonda na fonte de íons antes de instalar a fonte de íons no espectrômetro de massas.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Não deixe que a ponta do eletrodo ou a agulha de descarga corona toquem em qualquer parte do revestimento da fonte de íons para evitar danos à sonda.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Certifique-se de que a ponta da agulha de descarga corona está desviada da abertura quando você estiver utilizando a sonda TurboIonSpray®.

A sonda não está pré-instalada na fonte de íons. Sempre remova a fonte de íons do espectrômetro de massa antes de trocar as sondas. Consulte *Remova a Fonte de Íons a pagina 29*.

Se a sonda não estiver instalada corretamente na fonte de íons, então, a alta voltagem do espectrômetro de massas e o sistema de exaustão da fonte de íons serão desligados.

1. Introduza a sonda na torre da fonte de íons. Alinhe o orifício da sonda com o pino de alinhamento no topo da fonte de íons.Consulte *Componentes da Fonte de Íons a pagina 6*.
2. Empurre a sonda para baixo com cuidado de modo que os contatos se encaixem com aqueles da torre.
3. Gire o anel de retenção sobre a sonda, empurre-o para baixo para encaixar seus contatos com os contatos da torre e, em seguinda, e, em seguida, aperte o anel até que ele esteja completamente posicionado na a posição mais baixa. Ele deve ser apertado somente com os dedos para não danificar os contatos eletrônicos.
4. Somente para a sonda APCI, certifique-se de que a ponta da agulha da descarga corona da sonda está apontada para a abertura da *Curtain Plate*. Consulte *Ajuste a posição da agulha de descarga corona a pagina 24*.

Instale a fonte de íons no espectrômetro de massas

AVISO! Risco de choque elétrico. Instale a sonda na fonte de íons antes de instalar a fonte de íons no espectrômetro de massas.

Dica! Use a *orifice plate* correta para o sistema para obter máximo desempenho. Não use uma *orifice plate* de outro sistema. O número do modelo para o sistema está delineado na *orifice plate*.

Se a sonda da fonte de íons não está instalada corretamente, então a fonte de alimentação de alta voltagem não está disponível.

1. Certifique-se de que as travas da fonte de cada lado da fonte de íons estão voltadas para cima. Consulte *Componentes da Fonte de Íons a pagina 6*.
2. Alinhe a fonte de íons com a interface de vácuo, certificando-se de que as travas na fonte de íons estão alinhadas com os soquetes na interface de vácuo.
3. Empurre a fonte de íons suavemente contra a interface de vácuo e, em seguida, gire as travas da fonte de íons para baixo para travar a fonte de íons no lugar.

   O espectrômetro de massas reconhece a fonte de íons e mostra a identificação de fonte de íons no software Analyst® ou Analyst® TF.
4. Conecte o tubo do dispositivo de fornecimento da amostra na união de aterramento da fonte de íons.

Conecte o Tubo de Amostra

AVISO! Risco de choque elétrico. Não desvie a conexão de união da aterramento. A união fornece aterramento entre o espectrômetro de massas e o dispositivo de introdução da amostra.

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se de que a conexão do tubo de amostra está devidamente apertada antes de operar este equipamento, evitando vazamentos.

Consulte *Componentes da Fonte de Íons a pagina 6*.

1. Obtenha uma tubulação PEEK, vermelho , de 30 cm de comprimento.
2. Instale o tubo PEEK no to po da sonda, apertando-a manualmente.
3. Instale a outra extremidade do tubo PEEK à união de aterramento da fonte de íons.

Otimização da Fonte de Íons 3

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Use a fonte de íons somente se você tiver o conhecimento e o treinamento para o uso adequado, retenção e evacuação de materiais prejudiciais ou tóxicos usados com a fonte de íons. Interrompa o uso da fonte de íons se a janela estiver rachada ou quebrada e entre em contato com um Funcionário de Serviço de Campo AB SCIEX. Quaisquer materiais prejudiciais ou tóxicos introduzidos no equipamento estarão presentes na fonte de íons e no produto de exaustão. Descarte os materiais cortantes seguindo os procedimentos de segurança laboratoriais estabelecidos.

AVISO! Risco de incêndio. Não direcione mais de 3 mL/min de solvente para a fonte de ions. Exceder a vazão máxima pode provocar acúmulo de solvente na fonte de íons. Certifique-se que o sistema de exaustão da fonte esteja funcionando, para prevenir que vapor inflamável se acumule na fonte de íons.

Otimize a fonte de íons sempre que o analito, a vazão ou a composição da fase móvel mudar.

Diversos parâmetros afetam o desempenho da fonte. Otimize o desempenho enquanto injeta um composto conhecido e monitora o sinal do íon conhecido. Ajuste os parâmetros do micrômetro, do gás e da voltagem para maximizar a razão entre sinal e ruído e a estabilidade do sinal.

Introdução da amostra

Método

A vazão da amostra em fase líquidaé introduzida na fonte de íons por uma bomba LC ou por uma bomba de infusão. Quando realizada por por uma bomba LC, então a amostra pode ser injetada diretamente na fase móvel usando FIA ou infusão T, ou por meio de uma coluna de separação usando um injetor manual ou um amostrador automático. Se amostra for introduzida por uma bomba de infusão, então a amostra é injetada diretamente na fonte de íons. A otimização por infusão pode ser usada para otimização do caminho ótico dos íons e seleção de íons produto em experimentos MS/MS.

Vazão

As vazões são determinadas pelo sistema de cromatografia ou pelo volume da amostra disponível.

Exigências de introdução da amostra

- Use procedimentos e práticas analíticas apropriadas para minimizar volumes mortos. O sistema de introdução de amostra permite a transferência do líquido, sem perdas e com mínimo volume morto.
- Faça a pré-filtração das amostras de forma que o tubo capilar nas entradas das amostras não seja bloqueado pelas partículas, amostras precipitadas ou sais.
- Certifique-se que todas as conexões estão suficientemente apertadas para evitar vazamentos. Não aperte excessivamente.

Otimização da Sonda TurboIonSpray®

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se de que o espectrômetro de massas está com exaustão adequada e que é fornecida uma boa ventilação no laboratório em geral. A exaustão laboratorial adequada é necessária para controlar as emissões de amostra e de solventes e para fornecer operação segura do espectrômetro de massas.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Se o sistema LC conectado ao espectrômetro de massas não é controlado pelo software Analyst® ou Analyst® TF, então não deixe o espectrômetro de massas desconectado durante o funcionamento. O sistema LC pode inundar a fonte de íon quando o espectrômetro de massas entra em modo de espera.

Diversos parâmetros afetam o desempenho da sonda TurboIonSpray. Otimize o desempenho enquanto injeta um composto conhecido e monitora o sinal do íon conhecido. Ajuste os parâmetros do micrômetro para maximizar a razão entre sinal e ruído e a estabilidade do sinal. Consulte *Parâmetros da Sonda TurboIonSpray® a pagina 46*.

Nota: Se a **IonSpray voltage (IS)** (Voltagem do IonSpray) ou **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** (Flutuante de Voltagem do IonSpray) estiverem muito altas, então a descarga de corona poderá ocorrer. Isto é visível como um brilho azul na ponta da sonda TurboIonSpray® . Uma descarga corona resulta em sensibilidade e estabilidade reduzidas do sinal do íon.

Nota: Mantenha o sistema limpo e em seu desempenho ideal, ajuste a posição da sonda quando mudar a vazão da amostra.

Dica! É mais fácil otimizar o sinal e a razão entre sinal e ruído com a análise de injeção em fluxo ou com injeções em coluna.

Vazão e Temperatura

A quantidade e o tipo de solvente afetam a temperatura ótima da sonda TurboIonSpray® . Em vazões maiores, a temperatura adequada deverá ser maior. Um fator mais significativo é a composição do solvente. Conforme o teor orgânico do solvente aumenta, a temperatura ótima da sonda deve diminuir.

A sonda TurboIonSpray é normalmente usada com vazões de amostra de 40 µL/min a 1000 µL/min. A temperatura é aplicada para aumentar a taxa de evaporação, aumentando a eficiência de ionização, o que resulta em aumento de sensibilidade. Vazões extremamente baixas de solvente altamente orgânico, normalmente, não exigem temperaturas elevadas.

Vazão (µL/min)	Temperatura (°C)
1 a 20	0 a 100
20 a 100	150 a 350
100 a 300	300 a 400
300 a 1.000	400 a 500

Configure o Sistema

1. Configure a bomba HPLC para fornecer a fase móvel na vazão necessária. Consulte *Parâmetros da Fonte e Voltagem a pagina 46*.
2. Conecte a saída do injetor à união de aterramento da fonte de íons.
3. Se estiver usando um amostrador automático, configure o amostrador automático para realizar diversas injeções.

Execute o Método

1. Inicie o software Analyst® ou Analyst® TF.
2. Na barra de Navegação, no modo **Tune and Calibrate**, clique duas vezes em **Manual Tuning**.
3. Abra um método previamente otimizado ou crie um método baseado nos compostos.
4. Se a fonte de íons estiver fria, proceda da segunte maneira:
   a. Defina o parâmetro de **Temperature (TEM)** para **450**.
   b. Deixe a fonte de íons aquecer por 30 minutos.

   A fase de aquecimento de 30 minutos impede a condensação de vapores de solventes no interior da fonte.
5. Inicie a aquisição.
6. Inicie a vazão da fase móvel e a injeção da amostra.

Defina as Condições de Iniciais

1. Na aba **Source/Gas** no Tune Method Editor, digite um valor inicial para a **Ion Source Gas 1 (GS1)**.

   Para bombas LC, use um valor entre 40 e 60 para GS1.

2. Digite um valor de partida para **Ion Source Gas 2 (GS2)**.

   Para bombas LC, use um valor entre 30 e 50 para GS2.

   Nota: O Gás 2 é usado sob vazões maiores, geralmente com um sistema LC e em conjunto com a temperatura.

3. No campo **IonSpray Voltage (IS)** ou **IonSpray Voltage Floating (ISVF)**, digite o valor apropriado para o espectrômetro de massas.

   Tabella 3-1 Valores de Parâmetro do IS e ISVF

Espectrômetro de Massas	Valor Inicial
Sistemas das séries 3200, 3500, 4000, 4500, 5000, 5500 e 6500	4.500
Sistemas TripleTOF	5.500

4. No campo **Curtain Gas (CUR)**, digite o valor apropriado para o espectrômetro de massas.

   Tabella 3-2 Valores do Parâmetro CUR

Espectrômetro de Massas	Valor Inicial
Sistemas 3200, 3500, 4000 e 4500	20
Sistemas 5000 e 5500	25
Sistemas 6500	30
Sistemas TripleTOF	20 a 25, dependendo da vazão

Otimize a posição da sonda TurboIonSpray®

1. Olhe através da janela do compartimento da fonte de íons para visualizar a posição da sonda.
2. Use as configurações do micrômetro horizontal e vertical anteriores ou defina-o para **5** como uma posição de partida.

3. Use FIA ou uma infusão T para injetar amostra a uma vazão alta.
4. Monitore o sinal no software.
5. Use o micrômetro horizontal para ajustar a posição da sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.

   A posição otimizada da sonda poderá ser para um dos lados do orifício de entrada dos íons.

   Dica! É mais fácil otimizar o sinal e a razão entre sinal e ruído com a análise de injeção em fluxo ou com injeções em coluna.

6. Use o micrômetro vertical para ajustar a posição da sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.

   Nota: A posição vertical da sonda depende da vazão. Em vazões menores, a sonda deve estar mais perto do orifício. Em vazões maiores, a sonda deve estar mais distante do orifício.

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

7. Ajuste a tampa preta de ajuste do eletrodo na sonda para alongar a ponta do eletrodo. Normalmente, a extensão ótima do eletrodo é de 0,5 mm a 1,0 mm além da extremidade da sonda.

   Depois que a sonda for otimizada, ela precisa somente de ajuste fino. Se a sonda for removida, ou se o analito, a vazão ou a composição do solvente mudar, repita o procedimento de otimização após a instalação.

   Dica! Posicione o spray do líquido da sonda TurboIonSpray afastado do orifício, a fim de evitar a contaminação da abertura, para evitar a obstrução do fluxo Curtain Gas™ , que pode criar um sinal instável, e para evitar curto-circuito elétrico devido à presença do líquido.

Otimize a Fonte e os Parâmetros de Gás e a Voltagem

Otimize o Gás 1 (gás nebulizador) para melhor estabilidade e sensibilidade do sinal. O Gás 2 (gás aquecedor) ajuda na evaporação do solvente, que ajuda a aumentar a ionização da amostra.

Uma temperatura excessiva pode provocar vaporização prematura do solvente na ponta da sonda TurboIonSpray® , especialmente se a sonda estiver muito baixa, o que resultará em instabilidade do sinal e um ruído químico de fundo elevado. Da mesma forma, um alto fluxo de gás aquecedor produz um sinal ruidoso e instável.

Use a menor voltagem de fonte IonSpray™ possível sem perder o sinal. Concentre-se na razão entre sinal e ruído, não apenas no sinal. Se a voltagem da sonda IonSpray estiver muito alta, então pode ocorrer descarga corona.

Isto é visível como um brilho azul na ponta da sonda TurboIonSpray. Isso resultará em sensibilidade e estabilidade reduzidas do sinal do íon.

1. Ajuste o **GS1** e o **GS2** em incrementos de 5 para alcançar o melhor sinal e a melhor razão entre sinal e ruído.

Nota: Para prevenir contaminação, use o maior volume para CUR possível sem sacrificar a sensibilidade. Não configure CUR abaixo de 20. Isto ajuda a prevenir a flutuações do fluxo da Curtain Gas, que pode produzir um sinal ruidoso, prevenir contaminação da abertura e aumentar a razão geral entre sinal e ruído.

2. Aumente o valor no campo **CUR** até o sinal começar a diminuir.
3. Ajuste a **IS** ou a **ISVF** em incrementos de 500 V até maximizar a razão entre sinal e ruído.

Nota: Se a **IonSpray voltage (IS)** (Voltagem do IonSpray) ou **IonSpray Voltage Floating (ISVF)** (Flutuante de Voltagem do IonSpray) estiverem muito altas, então a descarga de corona poderá ocorrer. Isto é visível como um brilho azul na ponta da sonda TurboIonSpray® . Uma descarga corona resulta em sensibilidade e estabilidade reduzidas do sinal do íon.

Otimize a Temperatura do Aquecedor Turbo

A temperatura ótima do aquecedor é dependente do composto, da vazão e da composição da fase móvel. Quanto mais elevadas forem a vazão e a composição aquosa, mais elevada sera a temperatura otimizada.

Ao otimizar a temperatura da fonte, certifique-se de que a fonte de íons esteja equilibrada para o novo ajuste de temperatura.

- Ajuste o valor **TEM** em incrementos de 50 ºC a 100 ºC para alcançar o melhor sinal e a melhor razão entre sinal e ruído.

Dicas para Otimização

- Use a temperatura mais alta possível quando otimizar os compostos. Uma temperatura de 700°C é comum para muitos compostos. Temperaturas altas ajudam a manter a fonte de íons limpa e a reduzir o ruído de fundo.
- Use a maior vazão Curtain Gas™ (CUR) possível sem reduzir o sinal. Isso ajuda a:
  - Prevenir a flutuações do fluxo Curtain Gas, que pode produzir ruído.
  - Prevenir a contaminação da abertura.
  - Aumentar a razão geral entre sinal e ruído.

- Posicione o spray do líquido da sonda TurboIonSpray® afastado da abertura a fim de:
  - Prevenir a contaminação da abertura.
  - Evitar perfuração do fluxo Curtain Gas, que pode criar um sinal instável.
  - Evitar curto-circuito devido à presença do líquido.
- Use a menor voltagem de fonte IonSpray™ possível sem perder o sinal. Concentre-se na razão entre sinal e ruído, não apenas no sinal.

Otimização da Sonda APCI

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se de que o espectrômetro de massas está com exaustão adequada e que é fornecida uma boa ventilação no laboratório em geral. A exaustão laboratorial adequada é necessária para controlar as emissões de amostra e de solventes e para fornecer operação segura do espectrômetro de massas.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Se o sistema LC conectado ao espectrômetro de massas não é controlado pelo software Analyst® ou Analyst® TF, então não deixe o espectrômetro de massas desconectado durante o funcionamento. O sistema LC pode inundar a fonte de íon quando o espectrômetro de massas entra em modo de espera.

Consulte *Parâmetros da Sonda APCI a pagina 47*.

CUIDADO: É mais fácil otimizar o sinal e a razão entre sinal e ruído com a análise de injeção em fluxo ou com injeções em coluna.

Configure o Sistema

1. Configure a bomba HPLC para fornecer a fase móvel na vazão necessária. Consulte *Parâmetros da Fonte e Voltagem a pagina 46*.
2. Conecte a saída do injetor à união de aterramento da fonte de íons.
3. Se estiver usando um amostrador automático, configure o amostrador automático para realizar diversas injeções.

Execute o Método

1. Inicie o software Analyst® ou Analyst® TF.

2. Na barra de Navegação, no modo **Tune and Calibrate**, clique duas vezes em **Manual Tuning**.
3. Abra um método previamente otimizado ou crie um método baseado nos compostos.
4. Se a fonte de íons estiver fria, proceda da segunte maneira:
   a. Defina o parâmetro de **Temperature (TEM)** para **450**.
   b. Deixe a fonte de íons aquecer por 30 minutos.

   A fase de aquecimento de 30 minutos impede a condensação de vapores de solventes no interior da fonte.
5. Inicie a aquisição.
6. Inicie a vazão da fase móvel e a injeção da amostra.

Defina as Condições de Partida

1. Na aba **Source/Gas** no Tune Method Editor, digite **30** no campo **Ion Source Gas 1 (GS1)**.
2. No campo **Curtain Gas (CUR)**, digite o valor apropriado para o espectrômetro de massas.

Tabella 3-3 Valores do Parâmetro CUR

Espectrômetro de Massas	Valor Inicial
Sistemas 3200, 3500, 4000 e 4500	20
Sistemas 5000 e 5500	25
Sistemas 6500	30
Sistemas TripleTOF	20 a 25, dependendo da vazão

3. Digite **1** no campo **Nebulizer Current (NC)**.

Otimize os parâmetros Gas 1 e Curtain Gas™ Flow

1. Ajuste **GS1** em incrementos de cinco para alcançar o melhor sinal e a melhor razão entre sinal e ruído.

Nota: Para prevenir contaminação, use o maior volume para CUR possível sem sacrificar a sensibilidade. Não configure CUR abaixo de 20. Isto ajuda a prevenir a flutuações do fluxo da Curtain Gas, que pode produzir um sinal ruidoso, prevenir contaminação da abertura e aumentar a razão geral entre sinal e ruído.

2. Aumente o **CUR** até o sinal começar a reduzir.

Ajuste a posição da agulha de descarga corona

AVISO! Risco de Choque Elétrico. Siga este procedimento para evitar contato com altas voltagens aplicadas à agulha de descarga corona, curtain plate e aquecedores turbo.

Ao usar a sonda APCI, tenha certeza que a agulha de descarga corona esteja apontada em direção à abertura.

Materiais necessários
• Chave de fenda isolada

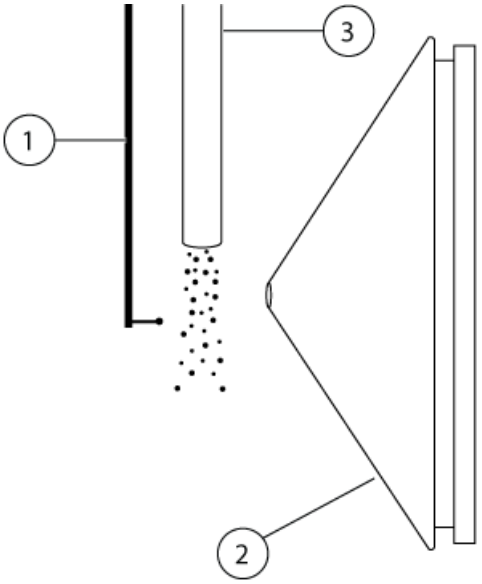
1. Use uma chave de fenda isolada para girar o parafuso de ajuste da agulha de descarga corona no topo da agulha.
2. Olhe através da janela de vidro para se certificar de que a agulha está alinhada com a ponta voltada para a abertura.
3. Salve o método otimizado como um novo método.

Otimize a Posição da Sonda APCI

Certifique-se que a abertura da Curtain Plate continua livre de solvente ou gotículas de solvente por todo o tempo.

A posição do bico do pulverizador afeta a sensibilidade e a estabilidade do sinal. Ajuste a sensibilidade da sonda somente em pequenos incrementos. Em vazões menores, posicione a sonda mais perto da abertura. Em vazões maiores, posicione a sonda mais distante da abertura.

Figura 3-1 Posição do Bico do Pulverizador



Item	Descrição
1	Agulha de descarga corona
2	Curtain Plate
3	Sonda APCI

1. Use as configurações do micrômetro horizontal e vertical anteriores ou defina-os para a configuração 5 mm como uma posição inicial.

   Nota: Para evitar a redução do desempenho do espectrômetro de massas, não posicione diretamente na abertura.

2. Use FIA ou uma infusão T para injetar amostra a uma vazão alta.
3. Monitore o sinal no software.
4. Use o micrômetro horizontal para ajustar a posição da sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.
5. Use o micrômetro vertical para ajustar a sonda em pequenos incrementos para alcançar o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído.

   Depois que a sonda for otimizada, ela precisa somente de ajuste fino. Se a sonda for removida, ou se o analito, a vazão ou a composição do solvente mudar, repita o procedimento de otimização após a instalação.

Otimize a Corrente do Nebulizador

A fonte de íons é controlada pela corrente e não pela voltagem. Selecione a corrente apropriada para o método de aquisição, independentemente da posição de seleção da fonte de íons.

- Comece com o valor **Nebulizer Current (NC)** de 1 e aumente para alcançar o melhor sinal ou razão entre sinal e ruído.

  A NC aplicada à agulha de descarga corona geralmente otimiza entre 1 µA e 5 µA no modo positivo. Se não há alterações observadas no sinal quando a corrente é aumentada, então, deixe a corrente com o menor valor que proporciona o melhor sinal ou razão entre sinal e ruído.

Otimize a Temperatura da Sonda APCI

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se de que o espectrômetro de massas está com exaustão adequada e que é fornecida uma boa ventilação no laboratório em geral. A exaustão laboratorial adequada é necessária para controlar as emissões de amostra e de solventes e para fornecer operação segura do espectrômetro de massas.

A quantidade e o tipo de solvente afetam a temperatura ótima da sonda APCI. Em vazões maiores, a temperatura ótima será mais elevada.

- Ajuste o valor **TEM** em incrementos de 50 ºC a 100 ºC para alcançar o melhor sinal e a melhor razão entre sinal e ruído.

Manutenção da Fonte de Íons 4

Os seguintes avisos aplicam-se a todos os procedimentos de manutenção neste capítulo.

AVISO! Risco de superfície quente. Deixe a fonte de íons esfriar por pelo menos 30 minutos antes de iniciar qualquer procedimento de manutenção. Superfícies da fonte de íons e os componentes de interface de vácuo aquecem durante a operação.

AVISO! Risco para Produtos Químicos Tóxicos e Fogo. Mantenha solventes inflamáveis longe de chamas e faíscas e use-os apenas em capela química ou armários de segurança.

AVISO! Risco de produtos químicos tóxicos. Use equipamento de proteção individual, incluindo um jaleco, luvas e óculos de segurança para evitar exposição dos olhos e da pele aos solventes.

AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. No caso de vazamento de produto químico, revise as Fichas de Dados de Segurança quanto a instruções específicas. Interrompa o vazamento ou derramamento somente se for seguro. Use equipamento de proteção individual apropriado e lenços absorventes para conter o vazamento e descarte-os seguindo as regulamentações locais.

AVISO! Risco de choque elétrico. Evite o contato com as altas voltagens aplicadas à fonte de íons durante a operação. Coloque o sistema em modo Standby antes de ajustar a tubulação de amostra ou outro equipamento próximo à fonte de íons.

Esta seção contém os procedimentos de manutenção geral para a fonte de íons. Para determinar quantas vezes limpar a fonte de íons ou realizar a manutenção preventiva, considere o seguinte:

- Compostos testados
- Limpeza dos métodos de preparação
- Quantidade de tempo que uma sonda ociosa contém uma amostra
- Tempo total de utilização do sistema

Esses fatores podem causar alterações no desempenho da fonte de íons, indicando que a manutenção é necessária.

Certifique-se de que a fonte de íons montada está totalmente selada ao espectrômetro de massas, sem evidência de vazamento de gás. Realize inspeções de manutenção geral para ter certeza da operação segura do sistema. Limpe regularmente os componentes da fonte de íons mantendo-a em boa condição de trabalho.

CUIDADO: Danos potenciais ao sistema. Utilize apenas o método de limpeza recomendado para evitar danos ao equipamento.

Materiais necessários

- Chave inglesa aberta de 1/4 pol
- Chave sextavada de 9/64 pol (chave em formato L fornecida)
- Chave sextavada de 5 mm
- Chave sextavada de 2,5 mm
- Chave de fenda Phillips
- Chave de fenda
- Metanol grau MS
- Água deionizada grau HPLC
- Óculos de segurança
- Máscara de respiração e filtro
- Luvas sem pó (recomendado neoprene)
- Avental de laboratório

Limpeza as Sondas

Lave a fonte de íons periodicamente, independentemente do tipo de compostos incluídos na amostra. Faça isto configurando um método no software Analyst® ou Analyst® TF especificamente para executar uma operação de lavagem.

1. Altere para uma fase móvel que seja água:Acetonitrila (1:1) ou água:metanol (1:1).
2. Ajuste a posição da sonda de forma que fique o mais longe possível do orifício.
3. No software, faça o seguinte:
   a. Ajuste **Temperature (TEM)** entre **500** e **600**.
   b. Ajuste **Ion Source Gas (GS1)** e **Ion Source Gas 2 (GS2)** para pelo menos **40**.
   c. Ajuste **Curtain Gas (CUR)** para a configuração mais alta possível.

d. Aguarde até que a temperatura definida em **TEM** seja atingida.

4. Injete a fase móvel através da tubulação e sonda a 1 mL/min por 10 a 15 minutos.
5. Certifique-se que a sonda e a tubulação sejam lavados completamente.

Remova a Fonte de Íons

Nota: (sistemas 3500, 4500, 5500, 6500 e 6600) Uma vazão adicional de gás à 5.3 L/min flui quando o espectrômetro de massas estiver desligado ou a fonte de íons for removida do sistema. Para reduzir o consumo de gás nitrogênio e manter o espectrômetro de massas limpo quando não estiver em uso, deixe a fonte de íons instalada no espectrômetro de massas e deixe o sistema ligado.

A fonte de íons pode ser removida de forma rápida e fácil, sem ferramentas. Sempre remova a fonte de íons do espectrômetro de massas antes de realizar qualquer manutenção ou mudar as sondas.

1. Interrompa quaisquer varreduras em andamento.
2. Desligue o fluxo da amostra.
3. Digite **0** no campo **Temperature (TEM)** se os aquecedores estiverem em uso.
4. Deixe a fonte de íons esfriar por pelo menos 30 minutos.
5. Desconecte a a tubulação de amostra da união de aterramento.
6. Gire as duas travas da origem para cima até a posição.
7. Puxe a fonte de íons cuidadosamente da interface a vácuo.
8. Coloque a fonte de íons em uma superfície limpa e segura.

Remova a sonda

Procedimentos de Pré-requisito
• *Remova a Fonte de Íons a pagina 29*

AVISO! Risco de choque elétrico. Certifique-se que a fonte de íons esteja completamente desconectada do espectrômetro de massas antes do procedimento.

A sonda pode ser removida rápida e facilmente, sem ferramentas. Sempre remova a fonte de íons do espectrômetro de massas antes de mudar as sondas ou realizar manutenção.

1. Desconecte a tubulação de amostra do topo da sonda.
2. Gire o anel de metal da sonda até desprendê-la da fonte.

3. Retire a sonda, puxando-a delicadamente para cima.

Nota: Não deixe a ponta da sonda tocar em nada enquanto está sendo removida ou armazenada.

4. Coloque a sonda em uma superfície firme e limpa.

Limpeza do eletrodo

Procedimentos de Pré-requisito
• *Remova a Fonte de Íons a pagina 29* • *Remova a sonda a pagina 29*

AVISO! Risco de choque elétrico. Certifique-se que a fonte de íons esteja completamente desconectada do espectrômetro de massas antes do procedimento.

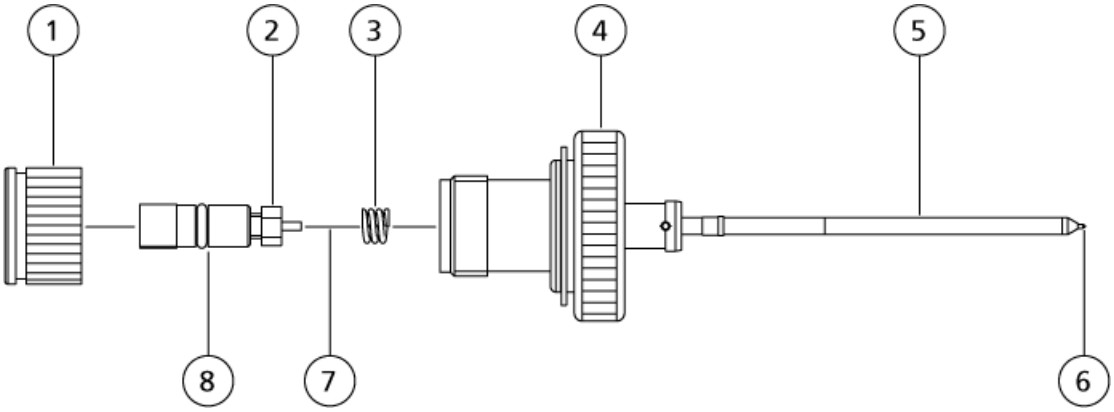
AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do tubo capilar do eletrodo é extremamente afiada.

A sonda contém um eletrodo capilar. Limpe o eletrodo periodicamente ou quando houver uma diminuição no desempenho.

Este procedimento se aplica a ambas as sondas. Utilize este procedimento para remover o eletrodo para limpeza. Se não for possível limpar o eletrodo, então, siga este procedimento para substituí-lo.

1. Remova a porca de ajuste do eletrodo.
2. Segurando a sonda com a ponta voltada para baixo, de modo que a mola permaneça no interior da sonda, puxe a união PEEK e o eletrodo ligado a partir da sonda.

Figura 4-1 Sonda, Visualização Expandida



Item	Descrição
1	Ajuste do eletrodo
2	Conector de retenção de 1/4 polegadas
3	Mola
4	Anel retentor de bronze
5	Tubo do pulverizador
6	Ponta do eletrodo
7	Tubo capilar do eletrodo
8	União PEEK

3. Use a chave inglesa aberta de 1/4 pol para remover o conector de retenção que segura o eletrodo na união PEEK.
4. Remova o eletrodo do conector de retenção.
5. Limpe o eletrodo com solução de metanol:água 1:1 por imersão em banho de ultrassom.

Monte os componentes da sonda

AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do tubo capilar do eletrodo é extremamente afiada.

Quando o eletrodo estiver limpo, ou substituído por uma nova peça, monte os componentes da sonda.

1. Insira o eletrodo no conector de retenção e, em seguida, na união PEEK.

   Certifique-se de que o eletrodo está inserido na união PEEK o máximo possível. Se existe uma lacuna entre o eletrodo e seu espaçodentro da união, um volume morto pode ocorrer.

2. Aperte o conector de retenção.

   Não cruze ou aperte excessivamente o conector de retenção ou o tubo pode vazar.

3. Certifique-se de que a mola ainda está dentro da sonda e, em seguida, aperte a porca de ajuste do eletrodo.
4. Alinhe o eletrodo com a abertura estreita no tubo do pulverizador e, em seguida, insira a união PEEK e o eletrodo ligado na sonda. Tenha cuidado para não dobrar o eletrodo.
5. Insira a sonda na torre, tomando cuidado para não permitir que a ponta da sonda toque qualquer parte do compartimento da fonte de íons.
6. Empurre o anel retentor de metal para baixo para engatar seus contatos aos da fonte de íons e, em seguida, ajuste o anel.
7. Posicione um tubo PEEK vermelho de 30 cm de comprimento à entrada de amostra da sonda.
8. Conecte a tubulação PEEK ao topo da sonda, apertando-a manualmente.
9. Instale a fonte de íons no espectrômetro de massas. Consulte *Instalação da Fonte de Íons a pagina 13*.
10. Ajuste a extensão da ponta do eletrodo. Consulte *Ajuste a extensão da ponta do eletrodo a pagina 32*.

Ajuste a extensão da ponta do eletrodo

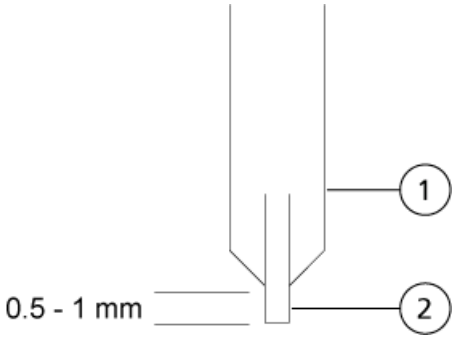
AVISO! Risco de Radiação, Risco Biológico ou Produto Químico Tóxico. Certifique-se que o eletrodo atravessa a ponta da sonda para prevenir que vapores perigosos escapem da fonte. O eletrodo não deve ser suspenso dentro da sonda.

AVISO! Risco de perfuração. Tome cuidado ao manusear o eletrodo. A ponta do tubo capilar do eletrodo é extremamente afiada.

Ajuste a extensão da ponta do eletrodo para melhor desempenho. A configuração ótima depende do composto. A distância que a ponta do eletrodo estende afeta o formato do cone do spray, e o formato do cone do spray afeta a sensibilidade do espectrômetro de massas.

- Ajuste a posição do eletrodo para alongar ou retrair a ponta do capilar. A ponta do eletrodo deve estar entre 0,5 mm e 1,0 mm a partir da ponta da sonda.

Figura 4-2 Ajuste da Extensão da ponta do eletrodo



Item	Descrição
1	Sonda
2	Eletrodo

Substitua a agulha de descarga corona

Procedimentos de Pré-requisito
• *Remova a Fonte de Íons a pagina 29* • *Remova a sonda a pagina 29*

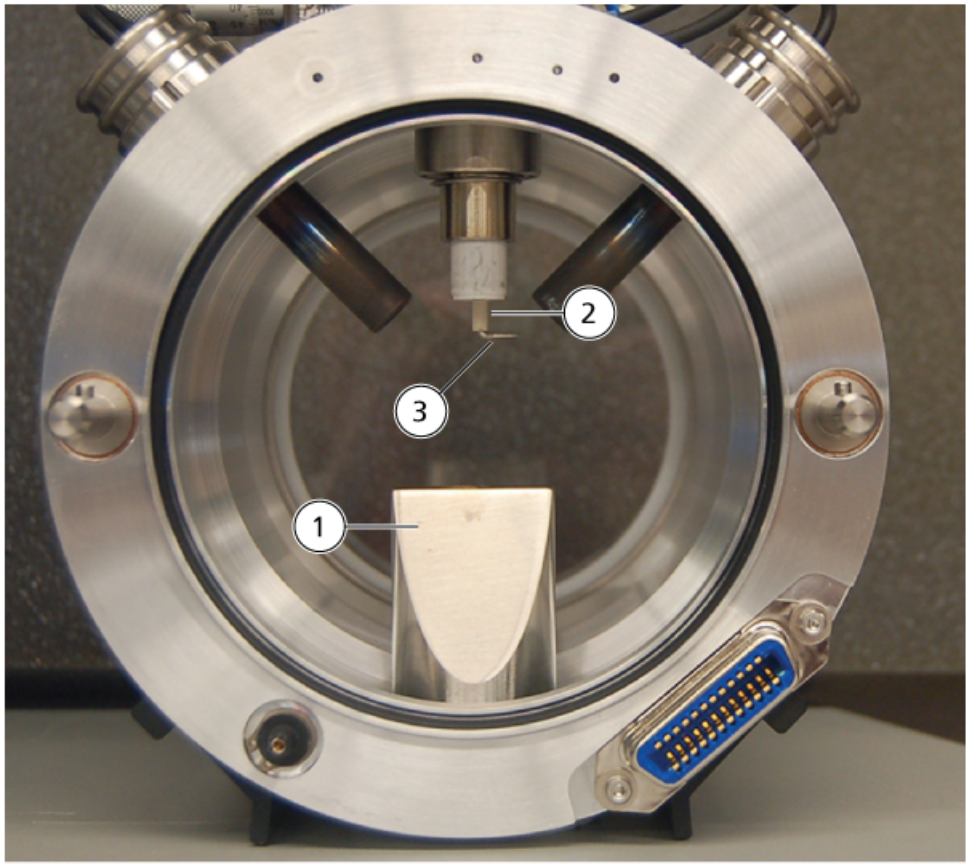
AVISO! Risco de choque elétrico. Certifique-se que a fonte de íons esteja completamente desconectada do espectrômetro de massas antes do procedimento.

AVISO! Risco de perfuração. Manuseie a agulha com cuidado. A ponta da agulha é extremamente afiada.

A ponta da agulha de descarga corona pode ficar demasiadamente corroída de forma que deve ser removida da agulha. Se isso ocorrer, substitua toda a agulha de descarga corona.

1. Gire a fonte de íons de forma que a lateral aberta fique acessível.

Figura 4-3 Agulha de descarga corona



Item	Descrição
1	Tubo do exaustor
2	Revestimento de cerâmica
3	Ponta da agulha da descarga corona

2. Enquanto segura a ponta da agulha de descarga corona entre o polegar e o dedo indicador de uma mão e a agulha de descarga corona com a outra mão, gire a ponta da agulha da descarga corona no sentido anti-horário para afrouxar e remova suavemente a ponta.
3. Puxe gentilmente a agulha de descarga corona através do tubo de exaustão para removê-la.
4. Insira o máximo possível a nova agulha através do tubo do exaustor no revestimento de cerâmica.

5. Segurando uma nova ponta entre o polegar e o dedo indicador de uma mão e a agulha de descarga corona com a outra mão, gire a ponta da agulha da descarga corona no sentido horário para instalar a ponta.
6. Insira a sonda e, em seguida, instale a fonte de íons no espectrômetro de massas. Consulte *Instalação da Fonte de Íons a pagina 13*.

Substitua o tubo de amostra

AVISO! Risco de choque elétrico. Evite o contato com as altas voltagens aplicadas à fonte de íons durante a operação. Coloque o sistema em modo Standby antes de ajustar a tubulação de amostra ou outro equipamento próximo à fonte de íons.

Use o seguinte procedimento para substituir o tubo de amostra se ele estiver com um entupimento.

1. Pare o fluxo da amostra e certifique-se de que qualquer gás restante foi removido por meio do sistema de exaustão fonte. Consulte *Remova a Fonte de Íons a pagina 29*.
2. Desconecte o tubo de amostra da sonda e da união de aterramento.
3. Substitua o tubo de amostra com o mesmo comprimento de tubo usado anteriormente.
4. Instale a fonte de íons. Consulte *Instalação da Fonte de Íons a pagina 13*.
5. Inicie o fluxo da amostra.

Dicas para solução de problemas 5

Sinal	Causa possível	Ação Corretiva
O software Analyst® ou Analyst® TF relata que o espectrômetro de massas está em status Fault.	A sonda não está instalada.	Instale a sonda. Consulte *Instale a sonda a pagina 14*.
	A sonda não está conectada adequadamente.	a. Remova a sonda. Consulte *Remova a sonda a pagina 29*. b. Instale a sonda certificando-se de apertar o anel retentor de metal adequadamente. Consulte *Instale a sonda a pagina 14*.
O software Analyst ou Analyst TF indica que a sonda APCI está em uso, mas a sonda TurboIonSpray® está instalada.	Fusível F3 está queimado.	Entre em contato com um FSE.
O spray não está uniforme.	O eletrodo está bloqueado.	Limpe ou substitua o eletrodo. Consulte *Limpeza do eletrodo a pagina 30*.
A sensibilidade é reduzida.	Os componentes da interface (extremidade frontal) estão sujos.	Limpe os componentes da interface e, em seguida, instale a fonte de íons.
	Vapor do solvente ou outros compostos desconhecidos estão presentes na região do analisador.	Otimize a vazão da Curtain Gas™. Consulte *Otimização da Fonte de Íons a pagina 16*.
Durante os testes, a fonte de íons não atende às especificações.	O espectrômetro de massas não passou nos testes de instalação.	Realize testes de instalação no espectrômetro de massas com a fonte padrão.

Sinal	Causa possível	Ação Corretiva
	A solução teste não foi preparada corretamente.	a. Confirme que as soluções de teste foram preparadas corretamente. b. Se o problema não for resolvido, entre em contato com o FSE.
O ruído de fundo é alto.	A temperatura (TEM) está muito alta.	Otimize a temperatura.
	A vazão do gás do aquecedor (GS2) é excessivamente alta.	Otimize a vazão de gás aquecedor.
	A fonte de íons está contaminada.	• Limpe ou substitua os componentes da fonte de íons. Consulte *Manutenção da Fonte de Íons a pagina 27*. • Condicione a fonte e a extremidade frontal: a. Mova a sonda APCI ou TIS para a posição mais afastada da abertura (na orientação vertical e horizontal). b. Certifique-se que o aquecedor de interface está ligado. c. Faça a infusão ou injete metanol:água (50:50) sob uma vazão de 1mL/min. d. No software Analyst ou Analyst TF, defina **TEM** para 650, **GS1** para **60** e **GS2** para **60**. e. Configure a vazão de **Curtain Gas** para **45** ou **50**. f. Execute durante pelo menos 2 horas ou, de preferência, durante a noite, para obter melhores resultados.

Sinal	Causa possível	Ação Corretiva
O desempenho da fonte de íons degradou.	A sonda não está otimizada.	Consulte *Otimização da Sonda TurboIonSpray® a pagina 17* ou *Otimização da Sonda APCI a pagina 22* .
	A amostra não foi preparada corretamente ou a amostra degradou.	Confirme que a amostra foi preparada corretamente.
	Os ajustes da entrada da amostra estão vazando.	• Verifique se os ajustes estão apertados e substitua-os se o vazamento continuar. Não aperte demais os ajustes. • Instale e otimize uma fonte de íons alternativa. Se o problema persistir, entre em contato com um FSE.
Ocorrem arco elétrico ou faíscas.	A posição da agulha de descarga corona está incorreta.	Gire a agulha de descarga corona em direção à curtain plate e longe do vapor do gás aquecedor. Consulte *Ajuste a posição da agulha de descarga corona a pagina 24*.

Princípios de Operação - Fonte de Íons

A

Modo TurboIonSpray®

A sonda TurboIonSpray utiliza dois aquecedores turbo para introduzir nitrogênio quente, seco, UHP (pureza ultra-alta). A sonda está localizada centralmente entre os aquecedores turbo, que são colocados em um ângulo de 45 graus em ambos lados da sonda. A combinação do efluente do IonSpray™ e o gás seco aquecido dos aquecedores turbo é projetada em um ângulo de 90 graus em relação à abertura da curtain plate.

Somente compostos que são ionizados em fase líquida podem ser gerados como íons em fase gasosa na fonte. A eficiência e a taxa de geração de íons depende da energia de solvatação específica dos íons. Íons com energias de solvatação mais baixas tendem a evaporar mais do que os íons com energias de solvatação mais altas.

A interação do IonSpray e dos aquecedores turbo ajuda a concentrar o fluxo e aumenta a taxa de evaporação da gotícula, resultando em um aumento do sinal do íon. O gás aquecido aumenta a eficiência da evaporação de íons, resultando em maior sensibilidade e capacidade de operação sob vazões mais altas de amostra.

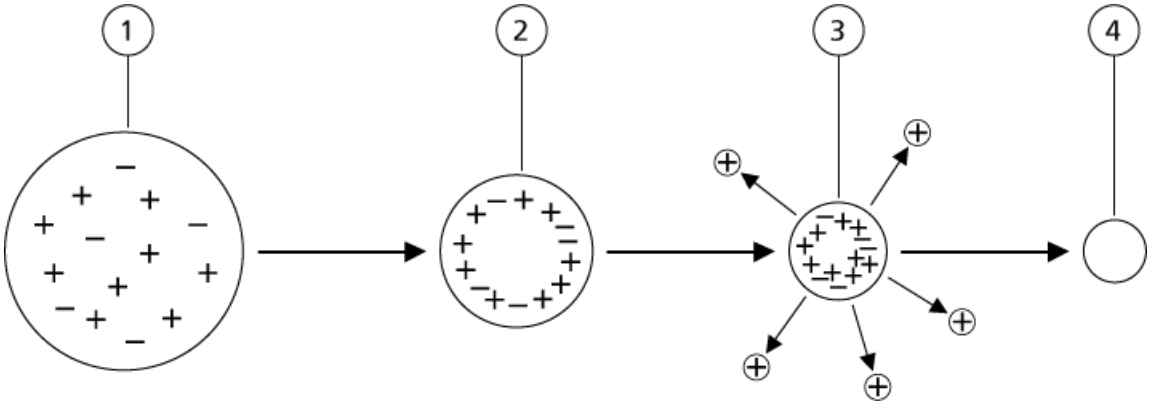
Um fluxo de alta velocidade do gás nebulizador produz gotículas da amostra líquida na entrada do IonSpray. Usando a alta voltagem variável aplicada ao pulverizador, a fonte de íons aplica uma carga líquida para cada gotícula. Esta carga ajuda na dispersão de gotículas. Íons de uma única polaridade são atraídos para as gotículas devido a alta voltagem, à medida que são separados do fluxo de líquido. No entanto, esta separação é incompleta e cada gotícula contém muitos íons de ambas as polaridades. Íons de uma polaridade são predominantes em cada gotícula e a diferença entre o número de íons carregados positiva ou negativamente resulta em carga líquida. Somente os íons em excesso da polaridade dominante estão disponíveis para evaporação iônica e somente uma fração desses realmente evapora.

A polaridade e a concentração de íons em excesso depende da magnitude e polaridade da diferença de potencial aplicada à ponta do nebulizador. Por exemplo, quando uma amostra contém arginina em uma solução água-acetonitrila e um potencial positivo é aplicado no nebulizador, os íons positivos em excesso serão H+ e arginina [M+H]+.

A sonda pode gerar íons com múltiplas cargas a partir dos compostos que têm múltiplossítios de ionização, como peptídeos e oligonucleotídeos. Isso é útil quando se observa espécies de alto peso molecular em que múltiplas cargas produzem íons de uma razão entre massa e carga (*m/z*) dentro do intervalo de massa do espectrômetro de massas. Isso permite determinações em rotina de peso molecular de compostos na faixa de variação de KiloDalton (kDa).

Conforme mostrado em *Figura A-1*, cada gotícula carregada contém solvente e tanto íons negativos como positivos, porém com íons de uma polaridade predominante. Como um meio condutor, as cargas em excesso residem na superfície da gotícula. À medida que o solvente evapora, a intensidade do campo elétrico na superfície da gotícula aumenta devido à diminuição do raio da gotícula.

Figura A-1 Evaporação do Íon



Item	Descrição
1	A gotícula contém íons de ambas as polaridades com uma polaridade sendo predominante.
2	Conforme o solvente evapora, o campo elétrico aumenta e os íons se movem para a superfície.
3	Em algum valor do campo crítico, íons são emitidos das gotículas.
4	Resíduo não volátil continua como uma partícula seca.

Se a gotícula contiver excesso de íons e quantidade suficiente de solvente evaporar a partir da gotícula, um campo crítico é alcançado, no qual os íons são emitidos a partir da superfície. Consequentemente, todo o solvente evaporará a partir da gotícula, restando apenas partículas secas constituídas de componentes não voláteis provenientes da amostra.

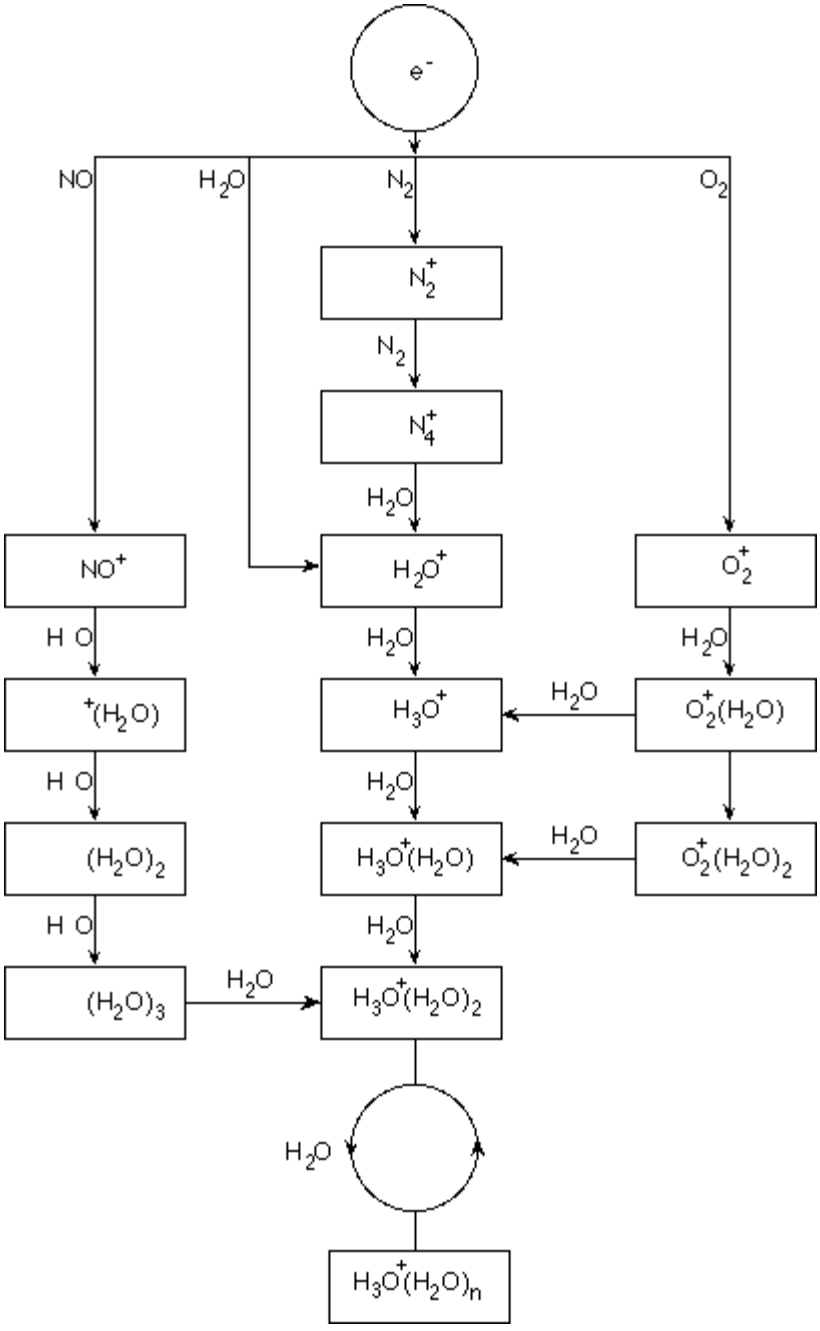
Como as energias de solvatação para a maioria das moléculas orgânicas são desconhecidas, as sensibilidades obtidas para diferentes compostos ionizados são difíceis de predizer. A importância da energia de solvatação é evidente uma vez que os surfactantes que se concentram na superfície de um líquido podem ser muito sensivelmente detectados.

Modo APCI

A base de incompatibilidades no passado, para acoplamento da cromatografia líquida à espectrometria de massas, surge da dificuldade de vaporização de moléculas relativamente não voláteis em solução em um líquido em um gás molecular sem induzir uma decomposição excessiva. O processo de ionização por APCI nebuliza suavemente a amostra em pequenas gotículas finamente dispersas em um tubo de cerâmica aquecido, resultando em rápida vaporização da amostra, de forma que as moléculas da amostra não sejam degradadas.

Figura A-2 mostra o fluxo de reação do processo de ionização por APCI para os íons positivos (os hidrônios hidratados, $H_3O^+[H_2O]_n$).

Figura A-2 Fluxograma da Reação APCI

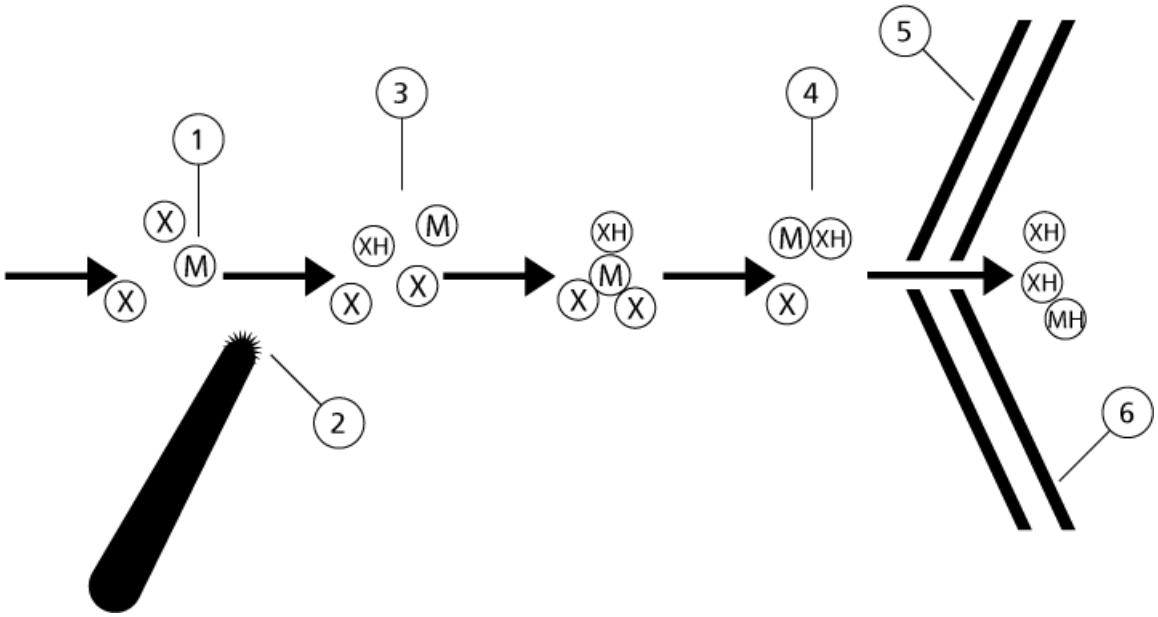


Os íons principais primários $N2^+$, O_2^+, H_2O^+ e NO^+ são formados pelo impacto de elétrons gerados por descarga corona com os principais componentes do ar. Embora o NO^+ não seja normalmente um componente principal do ar limpo, a concentração desta espécie na fonte é aumentada devido às reações neutras iniciadas pela descarga corona.

As amostras que são introduzidas por meio da sonda APCI são nebulizadas com o auxílio de um gás, no tubo de cerâmica aquecido. Dentro do tubo, as gotículas finamente dispersas da amostra e do solvente passam por um rápida vaporização com decomposição térmica mínima. A vaporização suave preserva a identidade molecular da amostra.

A amostra em fase gasosa e as moléculas do solvente passam para o compartimento da fonte de íons onde a ionização APCI é induzida por uma agulha de descarga corona conectada à extremidade do tubo. As moléculas da amostra são ionizadas pela colisão com os íons reativos gerados a partir da ionização das moléculas do solvente da fase móvel. Conforme mostrado na *Figura A-3*, as moléculas do solvente vaporizado ionizam para produzir os íons reagentes [X+H]+ no modo positivo e [X-H]– no modo negativo. São estes íons reagentes que produzem íons estáveis da amostra quando colidem com as moléculas da amostra.

Figura A-3 Ionização química a pressão atmosférica



Item	Descrição
1	Amostra
2	Íons primários são criados nas proximidades da agulha de descarga corona
3	A ionização produz predominantemente íons à partir das moléculas dos solventes
4	Íons reagentes reagem com as moléculas da amostra formando agregados
5	Curtain Plate
6	Interface
x = moléculas do solvente; M = moléculas da amostra	

As moléculas da amostra são ionizadas por meio de um processo de diferença de protoafinidade entre as moléculas da amostra e os íons reagentes. A energia para o processo de ionização APCI é governada por colisão devido à relativamente elevada pressão atmosférica da fonte de ionização por APCI.

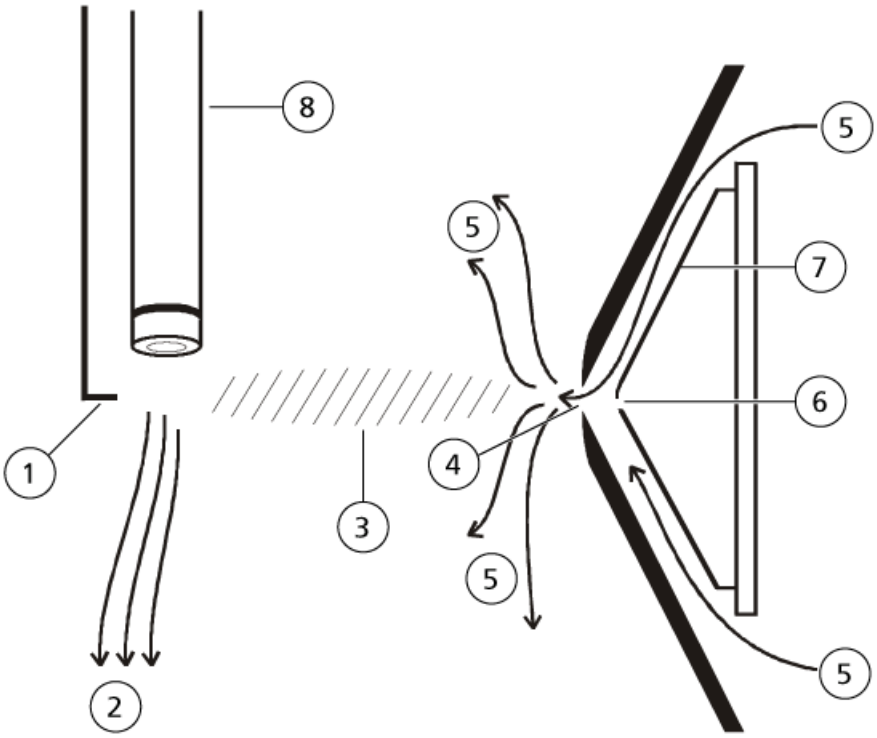
Para aplicações de fase reversa, os íons reagentes consistem de moléculas de solvente protonado no modo positivo e íons de oxigênio solvatados no modo negativo. Com termodinâmicas favoráveis, a adição de modificadores altera a composição dos íons reagentes. Por exemplo, a adição de tampões de acetato ou modificadores pode fazer o íon acetato $[CH_3COO]^-$ o reagente primário no modo negativo. Os modificadores de amônio podem formar amônia protonada $[NH_4]^+$, o reagente primário no modo positivo.

Através de colisões, uma distribuição equilibrada de certos íons (por exemplo, agregados iônicos de água protonada) é mantida. A probabilidade de fragmentação prematura dos íons da amostra na fonte de íons é reduzida por causa da moderada influência dos agregados de solvente nos íons reagentes e devido à relativamente elevada pressão de gás no interior da fonte. Como resultado, o processo de ionização produz principalmente íons provenientes da amostra para análise de massa no espectrômetro de massas.

Região de ionização APCI

Figura A-4 mostra a posição geral do reator íon-molécula da sonda APCI. As linhas inclinadas indicam um reator sem paredes. Uma corrente de íons de descarga corona no intervalo de microampère é criada como um resultado do campo elétrico entre a agulha de descarga e da curtain plate. Íons primários, por exemplo, N_2^+ e O_2^+, são criados pela perda dos elétrons que se originam no plasma da região da ponta da agulha de descarga. A energia dos elétrons é moderada por um número de colisões com as moléculas de gás antes de atingir uma energia, onde a sua seção transversal de ionização eficaz lhes permite ionizar moléculas neutras de forma eficiente.

Figura A-4 Região de ionização APCI



Item	Descrição
1	Ponta da agulha de descarga
2	Fluxo da amostra
3	Reator sem paredes
4	Abertura da Curtain Plate
5	Suprimento de Curtain Gas™
6	Orifício
7	Orifice Plate
8	Tubo de cerâmica

Os íons primários, por sua vez, geram íons intermediários que conduzem à formação de íons da amostra. Íons de polaridade selecionada, sob a influência do campo elétrico, são atraídos em direção à curtain plate e permitidos passar pelo curtain gas, em direção ao analisador de massas. Todo o processo de formação de íons é governado por colisão devido à pressão atmosférica relativamente elevada da fonte APCI. Exceto na vizinhança imediata da

ponta da agulha de descarga, onde a intensidade do campo elétrico é maior, a energia transmitida para um íon pelo campo elétrico é pequena em comparação com a energia térmica do íon.

Através de colisões, uma distribuição igual de certos íons (por exemplo,agregados iônicos de água protonada) é mantida. Qualquer excesso de energia que um íon possa adquirir no processo de reação íon-molécula é termolizada. Através da estabilização por colisão, muitos dos íons formados são fixos, embora muitas colisões subsequentes ocorram. A formação de íons é governada por condições em equilíbrio à pressão de operação de 760 torr (atmosférica).

A sonda APCI funciona como um reator sem paredes porque os íons que passam a partir da fonte para a câmara de vácuo e, eventualmente, para o detector nunca experimentam colisões com uma parede - somente colisões com outras moléculas. Os íons também são formados no exterior da da fonte de ionização por APCI, mas não são detectados e, eventualmente, são neutralizados por interagir com uma superfície de parede.

A temperatura da sonda é um fator importante para o funcionamento da sonda APCI. Para preservar a identidade molecular, a temperatura deve ser suficientemente elevada para assegurar uma evaporação rápida. Sob temperatura de funcionamento suficientemente alta, as gotículas são vaporizadas rapidamente de modo a que as moléculas orgânicas são dessorvidas das gotículas com degradação térmica mínima. Se, contudo, a temperatura for muito baixa, o processo de evaporação lento, podendo ocorrer pirólise ou decomposição, antes da vaporização ser concluída. Operar a sonda APCI em temperaturas acima da temperatura ótima pode provocar a decomposição térmica da amostra.

Parâmetros da Fonte e Voltagem B

Dependendo da fonte de íons instalada no espectrômetro de massas, diferentes parâmetros dependentes da fonte estão disponíveis para otimização.

Parâmetros da Sonda TurboIonSpray®

A tabela a seguir mostra as condições de operação recomendadas para a sonda TurboIonSpray em três diferentes vazões. Para cada vazão, o fluxo da Curtain Gas™ deve ser o mais alto possível. A composição do solvente utilizada para a otimização foi água:acetonitrila (50:50). Estas condições representam um ponto de partida para otimizar a sonda. Usando um processo interativo, otimize os parâmetros utilizando análise de injeção em fluxo para atingir o melhor sinal ou a razão entre sinal e ruído para o composto de interesse.

Tabella B-1 Otimização do Parâmetro para a Sonda TurboIonSpray

Parâmetros	Valores típicos			Faixa operacional
Vazão LC	5 µL/min a 50 µL/min	200 µL/min	1.000 µL/min	5 µL/min a 3.000 µL/min
Gás 1 (gás nebulizador)	20 psi a 40 psi	40 psi a 60 psi	40 psi a 60 psi	0 psi a 90 psi
Gás 2 (gás aquecedor)	0 psi	50 psi	50 psi	0 psi a 90 psi
Suprimento da Curtain Gas™	20 psi	20 psi	20 psi	20 psi a 50 psi
Temperatura*	0 ºC a 200 ºC	200 ºC a 650 ºC	400 ºC a 750 ºC	Até 750 ºC
Potencial de Desagregação (DP)**	Positivo: 70 V Negativo –70 V	Positivo: 70 V Negativo –70 V	Positivo: 70 V Negativo –70 V	Positivo: 0 V a 400 V Negativo -400 V a 0 V
Ajuste do micrômetro vertical da sonda	7 a 10	2 a 5	0 a 2	0 a 13
Ajuste do micrômetro horizontal da sonda	4 a 6	4 a 6	4 a 6	0 a 10

*Os valores de temperatura ótima dependem do composto e da composição da fase móvel (maior teor aquoso exige maior temperatura). Zero (0) significa que nenhuma temperatura é aplicada.

**Os valores DP dependem do composto.

Parâmetros da Sonda APCI

Tabella B-2 Otimização do Parâmetro para a Sonda APCI

Parâmetro	Valor típico	Faixa operacional
Vazão LC	1.000 µL/min	200 µL/min a 2.000 µL/min
Gás 1 (gás nebulizador)	30	0 a 90
Suprimento de Curtain Gas™	20	20 a 50
Temperatura*	400 ºC	100 ºC a 750 ºC
Corrente do nebulizador (NC)	Positivo: 3 Negativo: –3	Positivo: 0 a 5 Negativo: –5 a 0
Potencial de Desagregação (DP)	Positivo: 60 V Negativo: -60 V	Positivo: 0 V a 300 V Negativo: -300 V a 0 V
Ajuste do micrômetro vertical da sonda	4 mm	Escala 0 mm a 13 mm
*O valor da temperatura depende do composto.		

Descrições do Parâmetro

Tabella B-3 Parâmetros Dependentes de Fonte

Parâmetro	Descrição
Fonte de íons Gás 1 (GS1)	Controla o gás nebulizador para as sondas TurboIonSpray® e APCI. Consulte *Princípios de Operação - Fonte de Íons a pagina 39*.
Fonte de íons Gás 2 (GS2)	Controla o gás aquecedor para a sonda TurboIonSpray. Melhor sensibilidade é alcançada quando a combinação de temperatura (TEM) e vazão do gás do aquecedor (GS2) provoca que o solvente da LC alcance um ponto em que esteja quase completamente vaporizado. Para otimizar o GS2, aumente o fluxo para obter melhor sinal ou razão entre sinal e ruído se tiver um aumento significante no ruído de fundo. Um fluxo de gás muito elevado pode produzir um sinal ruidoso ou instável. Consulte *Princípios de Operação - Fonte de Íons a pagina 39*.

Tabella B-3 Parâmetros Dependentes de Fonte (continuação)

Parâmetro	Descrição
Curtain Gas (CUR)	Controla o fluxo de gás para a interface Curtain Gas™. A interface Curtain Gas situa-se entre a curtain plate e o orifício. Ela evita que o ar do ambiente e as gotículas de solvente entrem e contaminem a ótica iônica, enquanto permite a direção dos íons da amostra na câmara a vácuo por campos elétricos gerados entre a interface a vácuo e a agulha de nebulização. Contaminação da ótica de entrada de íons, reduz a transmissão de Q0, estabilidade e sensibilidade e aumenta o ruído de fundo. Mantenha o fluxo da Curtain Gas o mais alto possível sem perda de sensibilidade.
Temperatura (TEM)	Controla o calor aplicado à amostra para vaporizá-la. A temperatura ótima é a temperatura mais baixa em que a amostra é vaporizada completamente. Otimize em incrementos de 50°C.
Temperatura (TEM) - sonda TurboIonSpray	Controla a temperatura do gás aquecedor na sonda TurboIonSpray. Melhor sensibilidade é alcançada quando a combinação de temperatura (TEM) e vazão do gás do aquecedor (GS2) provoca que o solvente da LC alcance um ponto em que esteja quase completamente vaporizado. Conforme o teor orgânico do solvente aumenta, a temperatura ótima da sonda deve diminuir. Com solventes consistindo em 100% de metanol ou acetonitrila, o desempenho da sonda pode ser otimizado em temperatura tão baixa quanto 300 °C. Solventes aquosos consistindo 100% de água em fluxos de aproximadamente 1000 µL/min requerem uma temperatura mínima da sonda de 750ºC. Se a temperatura for ajustada muito baixa, então a vaporização é incompleta e extensa, fazendo que gotículas visíveis sejam expelidas no compartimento da fonte de íons. Se a temperatura for ajustada muito alta, o solvente pode vaporizar prematuramente na ponta da sonda TurboIonSpray, especialmente se a sonda estiver ajustada muito baixa (de 5 mm a 13 mm).
Temperatura (TEM) - sonda APCI	Controla a temperatura da sonda APCI. Conforme o teor orgânico do solvente aumenta, a temperatura ótima da sonda deve diminuir. Com solventes consistindo 100% de metanol ou acetonitrila, o desempenho da sonda pode otimizar em temperaturas tão baixas quanto 400°C nas vazões de 1000 µL/min. Solventes aquosos consistindo de 100% de água definidos em fluxos de aproximadamente 2000 µL/min requerem uma temperatura mínima da sonda de 700 ºC. Se a temperatura for ajustada muito baixa, então a vaporização é incompleta e extensa, fazendo que gotículas visíveis sejam expelidas no compartimento da fonte de íons. Se a temperatura for ajustada muito alta, ocorre degradação térmica da amostra.

Tabella B-3 Parâmetros Dependentes de Fonte (continuação)

Parâmetro	Descrição
Corrente do nebulizador (NC)	Controla a corrente aplicada à agulha da descarga corona na sonda APCI. A descarga ioniza as moléculas do solvente, que por sua vez ionizam as moléculas da amostra. Para a sonda APCI a corrente aplicada à agulha de descarga corona (NC) geralmente otimiza sobre um amplo intervalo (cerca de 1 µA a 5 µA no modo positivo). Para otimizar, inicie em um valor de 1 e aumente para alcançar o melhor sinal ou razão entre sinal e ruído. Se, ao aumentar a corrente, nenhuma alteração for observada, então, deixe a corrente com o menor ajuste que proporciona a melhor sensibilidade (por exemplo, 2 µA).
IonSpray Floating Voltage (Flutuação de voltagem do IonSpray) (ISFV) ou Voltagem do IonSpray (IS)	Controla a tensão aplicada ao nebulizador na sonda TurboIonSpray , que ioniza a amostra na fonte de íons. Ele depende da polaridade e afeta a estabilidade de nebulização e a sensibilidade.
Aquecedor de Interface (ihe)	Este parâmetro deve estar sempre ligado em sistemas 3500, 4500, 5500, 6500, e TripleTOF® . O parâmetro ihe liga e desliga o aquecedor de interface. Aquecer a interface ajuda a maximizar o sinal de íon e evita a contaminação da ótica iônica. A menos que o composto que o usuário está analisando seja extremamente frágil, recomendamos que o usuário aqueça a interface.

Posição da sonda

A posição da sonda pode afetar a sensibilidade da análise. Consulte *Otimização da Fonte de Íons a pagina 16* para mais informações em como otimizar a posição da sonda.

Composição do Solvente

A concentração padrão de formiato de amônio ou acetato de amônio é de 2 mmol/L a 10 mmol/L para íons positivos e 2 mmol/L a 50 mmol/L para íons negativos. A concentração dos ácidos orgânicos é de 0,1% a 0,5% em volume para a sonda TurboIonSpray® e 0,1% a 2,0% em volume para a sonda APCI.

Solventes comumente usados são:

- Acetonitrila

- Metanol
- Propanol
- Água

Modificadores comumente usados são:

- Ácido acético
- Ácido fórmico
- Formiato de amônia
- Acetato de amônia

Os modificadores a seguir não são comumente usados porque complicam o espectro com suas misturas iônicas e combinações de agregação. Eles também podem suprimir a força do sinal do íon do composto alvo:

- Trietilamina (TEA)
- Fosfato sódico
- Ácido trifluoroacético (TFA)
- Dodecil sulfato de sódio

Insumos e peças para substituição C

As tabelas a seguir listam as peças a serem pedidas para a fonte de íons Turbo V™ .

Tabella C-1 Insumos

PN	Descrição	Quantidade	Detalhes
016316	TUBO*1 16 OD X 0,005 ORIFÍCIO	cm	Tubo PEEK vermelho (orifício de 0,005 pol)
016325	AJUSTE*PEEK 10 32 X 1 16 POL	1	Ajuste PEEK marrom
016485	TUBO* 1 16 OD-0,0025 POL ID PEEK	cm	Tubo PEEK bronze (orifício de 0,0025 pol)
019675	AJUSTE*INSERIR T 0,25 ORIFÍCIO	1	Inserir T (orifício de 0,25 mm)
027950	ELETRODO*N	1	Eletrodo APCI
027953	ELETRODO*T	1	Eletrodo TurboIonSpray®

Tabella C-2 Peças de substituição

PN	Descrição	Quantidade	Detalhes
027947	FRU*KIT AGULHA NEB	1	Agulha de descarga corona
027950	FRU*KIT ELETRODO NEB	1	Kit eletrodo APCI
1003263	FUSÍVEL*4 A 250 v 5X20 RETARDO LONGO	1	Fusível F3 T4A 250 V, 5 mm × 20 mm retardo longo (Não usado para os sistemas TripleTOF® .)
027460	OPT*ASSY NEB	1	Conjunto da Sonda APCI. Consulte *Figura C-3*.
027461	OPT*ASSY TURBO	1	Conjunto da sonda TurboIonSpray. Consulte *Figura C-2*.

Figura C-1 Tubo PEEK vermelho

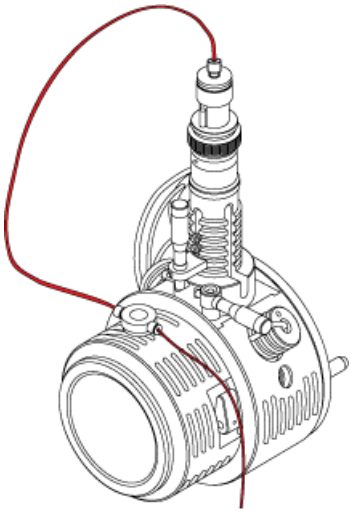
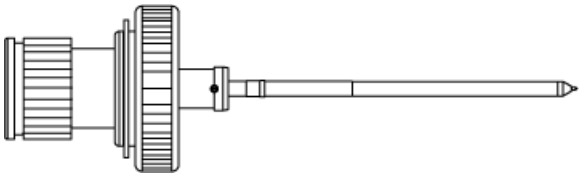


Figura C-2 Conjunto da Sonda TurboIonSpray (PN 027461)

Figura C-3 Conjunto da Sonda APCI (PN 027460)



Histórico de Revisão

Número do Documento	Descrição da alteração	Data
A	Primeira liberação do documento.	Julho de 2014

Indice

A

ajustando, ponta do eletrodo 33

C

circuito de sensor, fonte de íons 10
componentes
  fonte de íons 7
  sonda APCI 10
  sonda TurboIonSpray 9
conectando, tubo de amostra 15
conexões
  gás e elétrica, fonte de íons 10
corrente do nebulizador, otimizando 26

D

descarga corona, causas da 21

E

evaporação do íon, descrita 40

F

Fluxo da Curtain Gas
  vazão e ruído de fundo 21
fonte de íon
  métodos funcionando 18, 22
fonte de íons
  circuito de sensor da fonte de íons, descrito 10
  componentes da 7
  conectando o ajuste da amostra 15
  conexões 10
  configure o sistema 18, 22
  dicas de otimização 21
  identificação do software 13
  instalação, materiais necessários 13
  instalando 15
  instale a sonda 14
  manutenção preventiva 27
  materiais necessários, manutenção 28
  otimizando 16
  removendo 29
  sistema do exaustor fonte, descrito 11

G

gás nebulizador
  otimizando 20

I

injeção do fluxo da amostra 16
instalando
  fonte de íons 15
  sondas 14
ionização química à pressão atmosférica, descrita 42

L

limpando
  sondas 28
limpeza
  tubo do eletrodo 30

M

manutenção
  fonte de íons, preventiva 27
materiais necessários
  instalação da fonte de íons 13
métodos
  funcionando 18, 22

O

otimizando
  corrente do nebulizador 26

dicas para otimização da fonte de íons 21
fonte de íons 16
gás nebulizador 20
parâmetro GS1 20
parâmetro GS2 20
parâmetros de gás e vazão da Curtain Gas 23
posição da sonda APCI 24
sonda TurboIonSpray 17
temperatura da sonda APCI 26
temperatura do aquecedor turbo 21
voltagens 21
otimizar
a posição da sonda TurboIonSpray 19

P

Parâmetro de Curtain Gas
definido 48
Parâmetro de ISVF, definido 49
parâmetro GS1
otimizando 20
parâmetro GS2
definido 47
otimizando 20
parâmetro ihe, definido 49
parâmetro IS, definido 49
parâmetro NC, definido 49
Parâmetro TEM, definido 48
parâmetros
defina as condições de partida 19, 23
parâmetros, otimizando 20
sonda APCI 47
parâmetros de gás
otimizando 20, 23
peças componentes
ponta do eletrodo
ajustando 33
partes de 33

R

removendo
fonte de íons 29
sondas da fonte de íons 29

S

sistema do exaustor fonte, descrito 11
software
identificando a fonte de íons 13
solventes
composição dos 49
sonda
selecionando 7
sonda APCI
corrente do nebulizador, otimizando 26
otimizando a temperatura da sonda 26
peças da 31
região de ionização 44
Sonda APCI
componentes 10
configure o sistema 18, 22
parâmetros 47
parâmetros de gás e vazão da Curtain Gas, otimizando 23
posição da sonda, otimizando 24
posicionamento 25
princípios de operação 40
visão geral 9
sonda TurboIonSpray
otimizando 17
otimize a posição da sonda 19
parâmetros 46
temperatura do aquecedor turbo, otimizando 21
Sonda TurboIonSpray
componentes 9
princípios de operação 39
visão geral 8
voltagens, otimizando 20
sondas
instalando 14
limpando 28
otimizando a sonda TurboIonSpray 17
otimizando voltagens 20
parâmetros 46
peças da sonda APCI 31
removendo 29
sonda APCI, visão geral 9
sonda TurboIonSpray, visão geral 8

temperatura da sonda APCI, otimizando 26
temperatura do aquecedor turbo, otimizando 21
uso de 5
vazão e temperatura 18
substituindo
tubo de amostra 35
suporte técnico exigências

T

temperatura
temperatura da sonda APCI, otimizando 26
temperatura do aquecedor turbo, otimizando 21
teor orgânico e temperatura da sonda 18
TIS Sonda TurboIonSpray
tubo de amostra
bloqueios 35
substituindo 35
tubo de amostra, conectando 15
tubo de amostra, limpando 29
tubo do eletrodo
frequência de limpeza 30
limpeza 30

V

voltagens, otimizando 21